

**PRODUCTION OF ELECTROVISCOUS FLUID**

Patent Number: JP5320683  
Publication date: 1993-12-03  
Inventor(s): MIKAMI MITSUSACHI; others: 03  
Applicant(s):: NIPPON MEKTRON LTD  
Requested Patent: ☐ JP5320683  
Application Number: JP19920125014 19920518  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C10M169/04 ; B01F17/54 ; B01J13/00 ; C08L83/04  
EC Classification:  
Equivalents: JP3130642B2

**Abstract**

**PURPOSE:**To efficiently and economically obtain an electroviscous fluid and prevent the agglomeration of the particles in drying, by performing the synthesis of hydrophilic solid particles in an electrically insulating hydrophobic liquid and using this liquid as the dispersion medium for the electroviscous fluid.

**CONSTITUTION:**This method for producing an electroviscous fluid comprises a dispersion of hydrophilic solid particles in an electrically insulating dispersion medium, wherein the synthesis of the hydrophilic solid particles is effected in an electrically insulating hydrophobic liquid by the reverse-phase suspension polymerization or reverse emulsion polymerization method and this liquid is used as the dispersion medium for the electroviscous fluid. The water content of the hydrophilic solid particles can be adjusted by keeping the electroviscous fluid in a vacuum, optionally with the addition of a solvent capable of forming an azeotropic mixture with water, or in a vacuum under heating, optionally with the addition of a solvent capable of forming an azeotropic mixture with water.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3130642号

(P 3 1 3 0 6 4 2)

(45)発行日 平成13年1月31日(2001.1.31)

(24)登録日 平成12年11月17日(2000.11.17)

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

C10M169/04

C10M169/04

B01F 17/54

B01F 17/54

B01J 13/00

B01J 13/00

B

C08L 83/04

C08L 83/04

// C08F 2/18

C08F 2/18

請求項の数 3 (全 4 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平4-125014

(22)出願日

平成4年5月18日(1992.5.18)

(65)公開番号

特開平5-320683

(43)公開日

平成5年12月3日(1993.12.3)

審査請求日

平成10年11月17日(1998.11.17)

(73)特許権者 000230249

日本メクトロン株式会社

東京都港区芝大門1丁目12番15号

(72)発明者

三 上 光 幸

茨城県牛久市田宮町393-5 青雲寮

(72)発明者

吉 村 良

茨城県牛久市田宮町393-5 青雲寮

(72)発明者

赤 塚 孝 寿

茨城県牛久市牛久町1402-17 旭ルーミ  
-51-101

(72)発明者

外 山 二 郎

千葉県柏市大室1086-60

(74)代理人

100064285

弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

審査官

藤原 浩子

最終頁に続く

(54)【発明の名称】電気粘性流体の製造法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】親水性固体粒子が電気絶縁性分散媒に分散してなる電気粘性流体を製造する方法であって、該親水性固体粒子の合成を、該親水性固体粒子を構成する原料モノマー成分を電気絶縁性の疎水性液体中で逆相懸濁重合または逆乳化重合法により行い、かつ、この電気絶縁性の疎水性液体を電気粘性流体の分散媒として用いることを特徴とする、電気粘性流体の製造法。

【請求項2】請求項1に記載の電気粘性流体の製造法において、製造された電気粘性流体を減圧下に保持するか、または、水と共沸する溶媒を加えて減圧下に保持すること、親水性固体粒子の含水量を調整することを特徴とする、電気粘性流体の製造法。

【請求項3】請求項1に記載の電気粘性流体の製造法において、製造された電気粘性流体を減圧加熱下に保持す

2

るか、または、水と共沸する溶媒を加えて減圧加熱下に保持することで、親水性固体粒子の含水量を調整することを特徴とする、電気粘性流体の製造法。」

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、新規な電気粘性流体の製造法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】電気粘性流体は、親水性の固体粒子からなる分散相を電気絶縁性の分散媒の中に分散せしめてなる懸濁液で、電場の作用の下、可逆的にその流体の粘度を変化させることのできるものであって、2個の導電性部材の表面間にこの流体をおき、そこに電圧を印加することによりその流体に粘性の可逆的增加をおこさせて導電性部材表面間にトルクを伝達させることができるもの

10

である。このような電気粘性流体は、例えば自動車のエンジンマウント、クラッチ、ブレーキなどに用いられる。

【0003】電気粘性流体としては、従来各種分散相からなるものが提案され、例えば多価アルコール粒子を分散させた流体（特開昭51-33783号公報）やアクリレート乃至メタクリレート系ポリマーの固体微粒子を分散させた流体（特公昭63-26151号公報）などが知られている。

【0004】これらの粒子を用いて電気粘性流体を得る場合、まず粒子を逆相懸濁重合法もしくは逆乳化重合法により合成したのち、粒子を洗浄して余分の界面活性剤を取り除き、ついで粒子合成時に用いた分散媒の除去

（以下「脱溶媒」と記する）や、合成粒子への添加剤として水を使用する場合の含水量を調整するために、合成粒子を減圧下加熱し乾燥させ、必要に応じてグリセリン等の高誘電率液体、ペンタエリスリトール等のような高誘電率固体を添加し吸着させ、この粒子を分散媒に所定量入れ分散させている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】この時、粒子は乾燥工程を通るため凝集を起こしやすく、よって合成時の粒子径にまで粒子を分散媒に分散させるためには、分散を補助するための分散安定剤を添加したり、ビーズ等を混入したりして、分散を促進させるためのなんらかの分散手段が必要であった。

【0006】しかし、このような分散手段を用いると、合成した粒子が変形、粉碎あるいは電気粘性効果に寄与すると考えている官能基の変化により、電気粘性効果の発現が小さくなってしまう場合があり、問題となっている。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、このような固体微粒子を用いた従来の電気粘性流体の製造法を改良するものであって、合成粒子の凝集をひきこす、粒子合成時に用いた分散媒の除去工程、即ち「脱溶媒」工程、を不要とし、粒子合成から電気粘性流体の作製までの工程に於て、作製に必要な試剤の組成を変更しなくてもよい製造法の確立を目的とするものである。

【0008】本発明者らの研究、実験によれば、この目的は電気粘性流体に用いられる電気絶縁性の分散媒と同一のものを粒子重合時に用い、その中にモノマーを分散させて重合する方法ならびに、粒子合成後に粒子単分散系または共沸用溶媒添加粒子分散系を減圧または減圧加熱乾燥する工程を通して粒子中の水分量を調整することで達成できることが判った。

【0009】かくして、本発明は、電気粘性流体に用いられる電気絶縁性の分散媒を粒子重合時に用い、その中にモノマーを分散させて重合することからなる電気粘性流体製造法ならびに、粒子合成後に、粒子単分散系ま

たは共沸用溶媒添加粒子分散系を減圧または減圧加熱乾燥する工程を通して粒子中の水分量を調整することからなる電気粘性流体の製造法を提供するものである。

【0010】したがって、本発明による第一の電気粘性流体の製造法は、親水性固体粒子が電気絶縁性分散媒に分散してなる電気粘性流体を製造する方法であって、該親水性固体粒子の合成を、該親水性固体粒子を構成する原料モノマー成分を電気絶縁性の疎水性液体中で逆相懸濁重合または逆乳化重合法により行い、かつ、この電気絶縁性の疎水性液体を電気粘性流体の分散媒として用いること、を特徴とするものである。

【0011】また、本発明による第二の電気粘性流体の製造法は、上記の電気粘性流体の製造法において、製造された電気粘性流体を減圧下に保持するか、または、水と共沸する溶媒を加えて減圧下に保持することで、親水性固体粒子の含水量を調整すること、を特徴とするものである。

【0012】また、本発明による第三の電気粘性流体の製造法は、上記第一の電気粘性流体の製造法において、製造された電気粘性流体を減圧加熱下に保持するか、または、水と共沸する溶媒を加えて減圧加熱下に保持することで、親水性固体粒子の含水量を調整すること、を特徴とするものである。

【0013】〔発明の具体的説明〕本発明は、上記のように電気粘性流体に用いられる電気絶縁性の分散媒を粒子重合に用い、その中にモノマーを分散させて重合することからなる電気粘性流体の製造法ならびに、粒子合成後に粒子単分散系または共沸用溶媒添加粒子分散系を減圧または減圧加熱乾燥する工程を通して粒子中の水分量を調整することからなる電気粘性流体の製造法に関するものである。

【0014】本発明において、親水性固体粒子の合成時に用いられる電気絶縁性の疎水性液体は、電気粘性流体の分散媒としても用いられるものである。したがって、親水性固体粒子を逆相懸濁重合または逆乳化重合法により合成する際の分散媒として利用可能なものであると共に、電気粘性流体の親水性固体粒子の分散媒として好ましいものである必要がある。そのような電気絶縁性の疎水性の液体として好ましいものとしては、シリコンオイル、植物油、フッ素オイル、塩化ジフェニル、鉱油、セバシン酸ジブチルトルエン等がある。

【0015】電気粘性流体の親水性固体粒子を構成すべき原料モノマー成分としては、本発明の目的に反しない限り特に限定されないが、好ましくはアクリル酸やメタクリル酸またはこれらの金属塩、例えばアルカリ金属塩、特にナトリウム塩、等を用いることができる。

【0016】このような原料モノマー成分を逆相懸濁重合または逆乳化重合させる際には、界面活性剤や、N、N-メチレンビスアクリルアミド等のような2官能性または多官能性の試薬を架橋剤として使用するのが普通で

あり、よって本発明ではそのような界面活性剤や架橋剤等を使用することができる。本発明では、このような本発明の目的に有利に作用する補助成分を使用することができる。

【0017】かかる成分から電気粘性流体を製造するにあたっては、電気絶縁性の疎水性流体に界面活性剤等の分散安定剤を溶解させたのち、モノマーを滴下し分散させ重合を行う。

【0018】本発明による電気粘性流体は、親水性固体粒子の粒径が $0.01\mu\text{m}\sim 1000\mu\text{m}$ 程度、好ましくは $0.1\sim 20\mu\text{m}$ 、のものであり、分散相（即ち、親水性固体粒子）が分散媒（即ち、電気絶縁性の疎水性液体）100部に対して1～200部程度、好ましくは10～100部、のものである。よって、逆相懸濁重合または逆乳化重合を行なう際には、目的とする電気粘性流体がこのような好ましい範囲内のものとして得られるように、分散媒およびモノマーの量、ならびに重合条件を設定することが好ましい。製造された電気粘性流体の分散媒の量がそのような好ましい範囲内にない場合は、後に分散媒を追加あるいは除去することによって好ましい電気粘性流体とすることができる。

【0019】一般に、本発明のような電気粘性流体では、電気粘性流体としての挙動は、親水性固体粒子に吸着されている水分量に敏感であると考えられている。具体的水分量は、電気粘性流体の具体的な用途ならびに要求性能等に応じて異なるが、一般に $0.01\sim 10\%$ 程度、好ましくは $0.1\sim 5\%$ である。

【0020】上記の方法により得られた電気粘性流体は、減圧下に保持、または水と共沸する溶媒を加えて減圧下に保持することで、あるいは減圧加熱下に保持、または水と共沸する溶媒を加えて減圧加熱下に保持することで、親水性固体粒子の含水量を調整することができる。本発明は、このようにして親水性固体粒子の含水量が調整された電気粘性流体の製造法に関するものである（第二の発明および第三の発明）。

【0021】上記で、減圧下とは $0\sim 300\text{ Torr}$ 程度、好ましくは $0\sim 10\text{ Torr}$ 、の圧力下のことをいい、加熱下とは室温 $\sim 150^\circ\text{C}$ 程度、好ましくは $60\sim 120^\circ\text{C}$ の温度条件下のことをいうものである。水と共沸する溶媒としては、例えば、トルエン、キシレン、シクロヘキサン等があり、本発明では特にトルエンが好ましい。

【0022】具体的、圧力、温度ないし保持時間は、水

分を調整すべき親水性固体粒子の含水の程度ならびに所望する電気粘性流体の性能等に応じて適宜決定すればよい。

【0023】

【実施例】以下、実施例により本発明を説明するが、本発明の範囲がこれら実施例のみに限定されるものではない。

【0024】〔実施例1〕容量 $500\text{ cm}^3$ の重合装置の重合槽にシリコンオイル（信越シリコン（株）製：KF96L 5CS）を $400\text{ cm}^3$ 入れた。次に界面活性剤のデカグリセリンペンタオレエート（日光ケミカルズ（株）製：Decaglyn-50）5gを重合槽に入れシリコンオイルに溶解させた。溶存酸素を除去するため、窒素の導入を1時間以上行った。

【0025】一方、アクリル酸（和光純薬工業（株）製）30gに水酸化ナトリウム（和光純薬工業（株）製）の25.4%水溶液65.6gを氷冷しつつ加えてアクリル酸を中和し、アクリル酸ナトリウム水溶液を調製した。この水溶液を室温に戻したのち、N,N-メチレンビスアクリルアミド（和光純薬工業（株）製）0.03gを溶解させた。溶存酸素を除去するため、窒素の導入を1時間行った。

【0026】重合槽のシリコンオイルを攪拌翼を用いて200rpmで攪拌しつつ、上記のアクリル酸ナトリウム水溶液をこのシリコンオイル中に滴下して、液滴を形成させた。重合開始剤のアゾビス-2-ブチロニトリル（和光純薬工業（株）：V-59）0.3gをトルエン $2\text{ cm}^3$ に溶解させたものをさらに滴下した。重合装置を加熱し、 $70^\circ\text{C}$ にて3時間重合を行った。その結果、 $20\sim 1000$ ミクロンのポリアクリル酸ナトリウム粒子が分散したシリコンオイル分散液からなる電気粘性流体が得られた。

【0027】

【発明の効果】本発明では、固体粒子の合成時に用いた分散媒を、電気粘性流体の分散媒として利用している。このことから、電気粘性流体製造時に途中で分散媒を変更する必要がなく、そして粒子合成時に用いた分散媒の除去工程、すなわち粒子の乾燥工程、が不要となる。よって、より効率的、経済的に電気粘性流体の製造が可能になると共に、粒子乾燥時に粒子が凝集するという問題が生じない。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

2/32

2/32

(C10M169/04

107:50

145:14 )  
C10N 10:02  
20:06  
30:04  
40:14  
70:00

(56)参考文献 特開 平3-88804 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)

C10M 145/02 - 145/16

C10N 40:14

WPI (DIALOG)